

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-209339

(43)Date of publication of application : 13.08.1996

(51)Int.Cl.

C23C 14/32
H01L 21/203

(21)Application number : 07-014958

(71)Applicant : NISSIN ELECTRIC CO LTD

(22)Date of filing : 01.02.1995

(72)Inventor : NAKAHIGASHI TAKAHIRO
DOI AKIRA

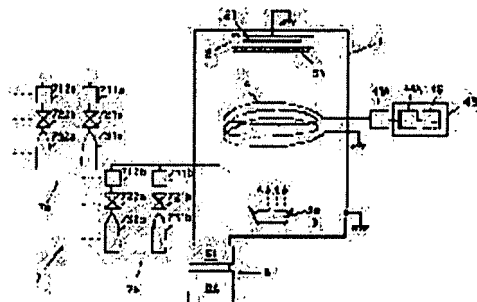
(54) ION PLATING AND DEVICE THEREFOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide an ion plating method and a device therefor for forming a film on a substrate by the combination of vacuum deposition under specified vacuum with production of plasma by a high-frequency discharge, by which high-density plasma is easily produced and the film is formed on the substrate kept at a relatively low temp.

CONSTITUTION: A substrate S1 to be coated with a film is supported by a supporting means 2 in a chamber 1, and the chamber 1 is evacuated to a specified vacuum by an evacuating device 6, a plasma raw gas is introduced into the chamber 1 through a plasma raw gas supply means 7, a high-frequency power modulated and superimposed on a basic high-frequency power of specified frequency is impressed by a high-frequency power feeder means to convert the gas to plasma, and a material is vapor-deposited on the substrate S1 from a vaporization source 3 by ion plating.

Consequently, the film forming rate is increased, and the film forming temp. is lowered.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

25.12.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3329117

[Date of registration]

19.07.2002

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-209339

(43) 公開日 平成8年(1996)8月13日

(51) IntCl.⁶

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C 2 3 C 14/32

C

H 0 1 L 21/203

M

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平7-14958

(22) 出願日 平成7年(1995)2月1日

(71) 出願人 000003942

日新電機株式会社

京都府京都市右京区梅津高畝町47番地

(72) 発明者 中東 孝浩

京都市右京区梅津高畝町47番地 日新電機株式会社内

(72) 発明者 土居 陽

京都市右京区梅津高畝町47番地 日新電機株式会社内

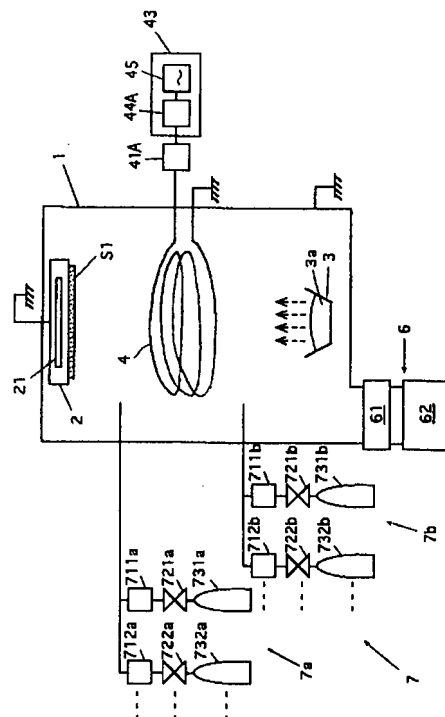
(74) 代理人 弁理士 谷川 昌夫

(54) 【発明の名称】 イオンプレーティング法及び装置

(57) 【要約】

【目的】 所定真空下で真空蒸着と高周波放電によるプラズマ生成を組み合わせることで基体上に膜形成するイオンプレーティング法及び装置であって、プラズマの発生が容易で、高密度のプラズマを生成させることができ、しかも、被成膜基体を比較的低温に保って成膜を行うことができるイオンプレーティング法及び装置を提供する。

【構成】 チャンバ1内の支持手段2に被成膜基体S1を支持させ、排気装置6によりチャンバ1内を所定真空度とし、プラズマ原料ガス供給手段7によりチャンバ1内にプラズマ原料ガスを導入して、高周波電力供給手段により所定周波数の基本高周波電力に変調を重ねた高周波電力を印加してガスをプラズマ化するとともに、蒸発源3から支持手段2に支持された被成膜基体S1に向けて物質蒸着するイオンプレーティング法及びこれに用いる装置。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 排気装置と、プラズマ原料ガス供給手段と、プラズマ生成のための高周波電力供給手段とが付設されたチャンバ内の対向する位置に被成膜基体支持手段と蒸発源とを備えた成膜装置を用い、前記チャンバ内の支持手段に被成膜基体を支持させ、前記排気装置により前記チャンバ内を所定真空度とし、前記プラズマ原料ガス供給手段により前記チャンバ内にプラズマ原料ガスを導入して、前記高周波電力供給手段により所定周波数の基本高周波電力に所定の変調を重畳した状態の高周波電力を印加して該ガスをプラズマ化するとともに、前記蒸発源から前記支持手段に支持された被成膜基体に向けて物質蒸着することで該基体に膜形成することを特徴とするイオンプレーティング法。

【請求項 2】 前記高周波電力供給手段の電力印加による前記プラズマ原料ガスのプラズマ化を、所定周波数の基本高周波電力に該所定周波数の $1/10$ 以下の周波数で振幅変調を重畳した状態の高周波電力を印加することで行う請求項 1 記載のイオンプレーティング法。

【請求項 3】 前記プラズマ原料ガスのプラズマ化を前記基本高周波電力に前記変調を重畳し、さらに該変調周波数の $1/100$ 以上、 100 倍未満の周波数で振幅変調を重畳した状態の高周波電力の印加により行う請求項 1 又は 2 記載のイオンプレーティング法。

【請求項 4】 前記被成膜基体支持手段に直流バイアスを印加しながら前記被成膜基体への成膜を行う請求項 1、2 又は 3 記載のイオンプレーティング法。

【請求項 5】 前記被成膜基体支持手段に交流バイアスを印加しながら前記被成膜基体への成膜を行う請求項 1、2 又は 3 記載のイオンプレーティング法。

【請求項 6】 前記被成膜基体支持手段に印加される交流バイアスが、所定周波数の基本高周波バイアスに所定の変調を重畳した状態の高周波バイアスである請求項 5 記載のイオンプレーティング法。

【請求項 7】 内部で成膜を行うチャンバと、該チャンバ内の対向する位置に設けられた被成膜基体支持手段及び蒸発源と、該チャンバに対し設けられた排気装置、プラズマ原料ガス供給手段、及びプラズマを生成させるための高周波電力供給手段であって所定周波数の基本高周波電力に所定の変調を重畳した状態の高周波電力を印加できる高周波電力供給手段とを備えたことを特徴とするイオンプレーティング装置。

【請求項 8】 前記高周波電力供給手段が、所定周波数の基本高周波電力に該所定周波数の $1/10$ 以下の周波数で振幅変調を重畳した状態の高周波電力を印加できるものである請求項 7 記載のイオンプレーティング装置。

【請求項 9】 前記高周波電力供給手段が、前記基本高周波電力に前記変調を重畳し、さらに該変調周波数の $1/100$ 以上、 100 倍未満の周波数で振幅変調を重畳した状態の高周波電力を印加できるものである請求項 7

又は 8 記載のイオンプレーティング装置。

【請求項 10】 前記被成膜基体支持手段に成膜のための直流バイアス印加手段が接続された請求項 7、8 又は 9 記載のイオンプレーティング装置。

【請求項 11】 前記被成膜基体支持手段に成膜のための交流バイアス印加手段が接続された請求項 7、8 又は 9 記載のイオンプレーティング装置。

【請求項 12】 前記交流バイアス印加手段が、所定周波数の基本高周波バイアスに所定の変調を重畳した状態の高周波バイアスを印加できるものである請求項 11 記載のイオンプレーティング装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、いわゆるエンジニアリングコーティングや半導体デバイスの製造における膜形成等に用いるイオンプレーティング方法及び装置に関する。

【0002】

【従来の技術】従来用いられてきたイオンプレーティング装置の一例として図 9 に示す装置を挙げることができる。この装置は、高周波放電により得られるプラズマを用いて蒸着粒子をイオン化するタイプのもので、チャンバ 1 を有し、チャンバ 1 内の対向する位置に被成膜基体 S 7 を支持する支持ホルダ 2 及び蒸発源 3 が設置されている。ホルダ 2 には、被成膜基体 S 7 を所定の成膜温度に維持するためのヒータ 21 が付設され、またホルダ 2 は接地されている。ホルダ 2 と蒸発源 3 との間には高周波電力供給用のアンテナ 4 が配置してあり、このアンテナ 4 にはマッチングボックス 41 を介して高周波電源 42 が接続されている。また、チャンバ 1 にはプラズマ原料ガス供給部 5 が付設されて、プラズマ原料ガスをチャンバ 1 内のアンテナ 4 と蒸発源 3 との中間位置に導入できるようにになっている。プラズマ原料ガス供給部 5 はマスフローコントローラ 511、512・・・及び開閉弁 521、522・・・を介して接続された 1 又は 2 以上のプラズマ原料ガスのガス源 531、532・・・からなっている。さらにチャンバ 1 内には弁部 61 を介して排気ポンプ 62 が接続された排気装置 6 が付設されて、チャンバ 1 内を所定の真空度にすることができる。

【0003】このイオンプレーティング装置によると、チャンバ 1 内の被成膜基体支持ホルダ 2 に被成膜基体 S 7 が支持された後、チャンバ 1 内が排気装置 6 の運転により所定の真空度とされる。基体 S 7 はヒータ 21 によりホルダ 2 を加熱することで所定の成膜温度に維持される。次いでプラズマ原料ガス供給部 5 からプラズマ原料ガスが、チャンバ 1 内に導入されると共に、高周波電源 42 によりマッチングボックス 41 を介してアンテナ 4 に高周波電力が印加され、前記導入されたプラズマ原料ガスがプラズマ化される。一方、蒸発源 3 から目的とする膜の構成原子を含む蒸着物質 3a がホルダ 2 に支持さ

れた被成膜基体S5に向けて真空蒸着される。蒸着粒子は前記発生したプラズマ中のラジカルや電子と衝突して一部がイオン化され、イオン化した粒子や中性の蒸着粒子等が被成膜基体S7上に堆積して膜が形成される。

【0004】プラズマ原料ガスとしてアルゴン(Ar)ガス等の不活性ガスを用いると、蒸着物質3aの構成原子からなる膜が形成され、プラズマ原料ガスとして、例えば酸素(O₂)ガス、窒素(N₂)ガス、メタン(CH₄)ガス等反応性のガスを用いると、このガスの構成原子と蒸着物質の構成原子からなる化合物膜が形成される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、このようなイオンプレーティング法及び装置によると、通常 1×10^{-4} Torr程度の低圧下でプラズマを発生させるため、また、プラズマCVDのようにほぼ同サイズの高周波電極と接地電極の間に高周波電力を印加するのではなく、アンテナと接地されたチャンバとの間に高周波電力を印加するためプラズマを発生(点灯)させ難い。さらに、被成膜基体に到達する蒸着粒子の運動エネルギーはたかだか熱速度の大きさであり、且つ、その運動エネルギーを制御することができないため、被成膜基体の温度を変えることで形成される膜の結晶性や基体との密着性等の制御を行っており、成膜中の基体温度を低くすることが難しかった。

【0006】そこで本発明は、所定真空下で真空蒸着と高周波放電によるプラズマ生成を組み合わせることで基体上に膜形成するイオンプレーティング法及び装置であって、プラズマの発生が容易で、高密度のプラズマを生成させることができ、しかも、被成膜基体を比較的低温に保って成膜を行うことができるイオンプレーティング法及び装置を提供することを課題とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】そこで本発明者は前記課題を解決するため研究を重ねたところ、プラズマ原料ガスのプラズマ化を変調した高周波電力を印加することで行えば、プラズマの発生が容易で、しかも高密度のプラズマを生成することができることを見出した。また、変調を施さない場合に比べて低い基体温度で同じ成膜速度が得られることを見出した。

【0008】前記知見に基づき本発明は、排気装置と、プラズマ原料ガス供給手段と、プラズマ生成のための高周波電力供給手段とが付設されたチャンバ内の対向する位置に被成膜基体支持手段と蒸発源とを備えた成膜装置を用い、前記チャンバ内の支持手段に被成膜基体を支持させ、前記排気装置により前記チャンバ内を所定真空度とし、前記プラズマ原料ガス供給手段により前記チャンバ内にプラズマ原料ガスを導入して、前記高周波電力供給手段により所定周波数の基本高周波電力に所定の変調を重ねた状態の高周波電力を印加して該ガスをプラズ

マ化するとともに、前記蒸発源から前記支持手段に支持された被成膜基体に向けて物質蒸着することで該基体に膜形成するイオンプレーティング法を提供する。

【0009】また前記知見に基づき本発明は、内部で成膜を行うチャンバと、該チャンバ内の対向する位置に設けられた被成膜基体支持手段及び蒸発源と、該チャンバに対し設けられた排気装置、プラズマ原料ガス供給手段、及びプラズマを生成させるための高周波電力供給手段であって所定周波数の基本高周波電力に所定の変調を重ねた状態の高周波電力を印加できる高周波電力供給手段とを備えたイオンプレーティング装置を提供する。

【0010】前記方法及び装置において、高周波電力供給手段とは、成膜を行うチャンバ内にあって高周波電力が印加される電極やチャンバ外に備えられた電源等を含む、プラズマ生成のための高周波電力の供給に供される手段である。前記方法及び装置における蒸発源は、電子ビーム、抵抗、レーザ、高周波等の手段で物質を蒸発させるものが考えられ、その他イオンビーム、マグネトロン、高周波等の手段でターゲットをスパッタすることで支持手段に支持された被成膜基体に向けて物質蒸着するものであってもよい。

【0011】前記方法及び装置において基本高周波電力に重畳される変調としては、代表的には振幅変調が考えられる。本発明方法及び装置において用いることができるプラズマ原料ガスとしては、ヘリウム(He)ガス、ネオン(Ne)ガス、アルゴン(Ar)ガス、クリプトン(Kr)ガス、キセノン(Xe)ガス等の不活性ガスや水素ガス、酸素(O₂)ガス、窒素(N₂)ガス、メタン(CH₄)ガス、エタン(C₂H₆)ガス等の活性ガスを挙げることができる。例えば前記不活性ガスを用いるときには蒸着物質の構成原子からなる膜が形成され、前記活性ガスを用いるときにはこのガスの構成原子と蒸着物質の構成原子からなる化合物膜が形成される。蒸着物質、プラズマ原料ガス及びこれらにより形成される膜の組み合わせとしては表1に示す組み合わせを例示することができる。

【0012】

【表1】

蒸着物質	プラズマ原料ガス	膜の種類
シリコン	水素ガス	アモルファスシリコン
	窒素ガス	窒化シリコン
	メタンガス, エタンガス	炭化シリコン
	酸素ガス	2酸化シリコン
チタン	窒素ガス	窒化チタン
	メタンガス, エタンガス	炭化チタン
	酸素ガス	5酸化2チタン
アルミニウム	窒素ガス	窒化アルミニウム
	メタンガス, エタンガス	炭化アルミニウム
	酸素ガス	アルミナ

【0013】また特に、前記原料ガスのプラズマ化を、所定周波数の基本高周波電力に該所定周波数の $1/10$ 以下の周波数で第1の振幅変調を重ねた状態の高周波電力の印加により行うことが考えられる。これは、第1の振幅変調周波数が基本高周波電力の周波数の $1/10$ より大きいとインピーダンスの整合をとり難く、高周波電力供給手段により所定の電力を供給し難いからである。

【0014】また、前記方法及び装置において、前記原料ガスのプラズマ化を、基本高周波電力に変調を施し（代表的には該基本高周波電力の周波数の $1/10$ 以下の周波数の振幅変調）、該変調周波数の $1/100$ 以上 100 倍未満程度の周波数でさらに第2の振幅変調を重ねた状態の高周波電力の印加により行うことが考えられる。

【0015】振幅変調（第1の振幅変調、或いは第1及び第2の振幅変調）は、プラズマの発生（点灯）を容易にし、且つ、その後のプラズマ密度を大きくするうえで有利であり、特にかかる振幅変調は電力印加のオンオフを伴うこと（換言すればパルス状に変調すること）が望ましいと考えられる。なお、前記所定周波数の基本高周波電力としては普通には連続するサイン波、パルス波、三角形波等による高周波電力が考えられる。

【0016】また、本発明における振幅変調は、電力印加時のピークツーピーク電力が、電力印加時において常に厳密に一定でなくてもよく、電力印加の立ち上がりや立ち下がりにおいて小さくなくてもよいが、代表的には電力印加時において実質上一定と見なし得るようにパルス状に行うことが考えられる。また、変調を施したガスプラズマ化用の高周波電力は、代表的には、その原形を任意の高周波信号を発生させ得る高周波信号発生器（ファンクションジェネレータ）により作り、これをRFアンプで増幅して得ることが考えられるが、所定周波数の

基本高周波電力を生成し、これに第1の変調を施したり、さらには第2の変調を施したりして順次操作により得ること等も考えられる。第1の変調のみを重ねる場合は、電源としてこのような高周波電力を供給可能な高周波電源を用いることができる。

【0017】また、本発明方法及び装置において、被成膜基体支持手段に直流バイアスを印加しながら成膜を行うことが考えられる。この直流バイアス印加により、プラズマ中のイオン、イオン化した蒸着粒子、電子等が加速されて被成膜基体上へ照射されるため、形成される膜の基体との密着性が向上したり、結晶性が高く緻密な膜が形成されたりする等の効果が見込める。

【0018】また、本発明方法及び装置において、被成膜基体支持手段に交流バイアスを印加しながら成膜を行うことが考えられる。これにより、交流バイアス印加時の条件を適宜設定することで、該基体に入射するイオン、電子等のエネルギーを制御でき、ひいては膜質を制御することができる。なお、特に電気絶縁性材料からなる被成膜基体上に膜形成する場合は、このように被成膜基体支持手段に交流バイアスを印加しながら成膜を行うことが考えられる。

【0019】さらに、前記交流バイアスを、所定周波数の基本高周波バイアスに変調を重ねた状態の高周波バイアスとすることが考えられ、変調条件を適宜選ぶことで、前記被成膜基体支持手段への交流バイアス印加のオンオフと同様の効果を容易に得ることができ、それによっても膜質のコントロール等を行うことができる。

【0020】

【作用】本発明によると、所定真空中で真空蒸着と高周波放電によるプラズマ生成を組み合わせることで被成膜基体上に膜形成するイオンプレーティング法及び装置において、変調を施した状態の高周波電力を印加することでプラズマ原料ガスを分解する。これにより、プラズマ中の電子・イオンの温度が成膜に必要なラジカルを多く生成するように制御されて、プラズマの発生（点灯）が容易になるとともに、プラズマ密度が高くなり、その結果、成膜速度が向上する。

【0021】さらにこれにより、従来のプラズマ原料ガスのプラズマ化を変調を施さない高周波電力の印加により行う場合のように成膜中の基体温度を高く保つことにより膜質の向上を図る必要がないため、基体温度を低く保って成膜を行うことができる。また、このような振幅変調による高速電子のハイエネルギーテイルの作用で良質の膜が形成される。なおここにいうハイエネルギーテイルとは、図7に示す高周波電力印加状態に関連する電子温度・時間の関係を示すグラフにおける曲線a中、テイル部分bの状態をさしている。

【0022】前記の第1の変調に第2の変調（振幅変調）を重ねさせるときは、成膜速度が一層向上し、膜質も一層向上する。これは第2の振幅変調により電子温度

が高く維持され、それだけガス分解が一層促進されるからであると考えられる。また、本発明のイオンプレーティング法及び装置において、被成膜基体支持手段に直流バイアスを印加しながら被成膜基体に成膜を行うときには、プラズマ中の電子、イオン、イオン化した蒸着粒子等が加速されて該基体上に照射され、その結果、該基体表面のスパッタ洗浄や基体と膜との界面での混合層形成等により膜密着性が向上したり、結晶性が高く緻密な膜が形成されたりする。

【0023】また、前記成膜基体支持手段に交流バイアスを印加しながら被成膜基体に成膜を行うときには、交流バイアスの条件を適宜設定することで該基体に入射するイオン・電子等のエネルギーを制御でき、ひいては膜質を制御することができる。さらに、前記の被成膜基体支持手段に印加される交流バイアスを所定周波数の基本高周波バイアスに変調を重ねた状態の高周波バイアスとするときには、変調条件を適宜設定することで、前記交流バイアス印加のオンオフと同様の効果を容易に得ることができ、それによっても膜質のコントロール等を行うことができる。

【0024】

【実施例】以下本発明の実施例を図面を参照して説明する。図1は本発明のイオンプレーティング装置の1例の概略構成を示している。この装置は、図9に示す従来装置において高周波電源42に代えて高周波電力発生装置43を採用し、プラズマ原料ガス供給部5に代えて、被成膜基体S1とアンテナ4の中間位置にガスを導入できるガス供給部7a及びアンテナ4と蒸着源3の中間位置にガスを導入できるガス供給部7bからなるプラズマ原料ガス供給部7を採用したものである。ガス供給部7a、7bはそれぞれマスフローコントローラ711a、712a・・・、711b、712b・・・及び開閉弁721a、722a・・・、721b、722b・・・を介して接続された1又は2以上のプラズマ原料ガスのガス源731a、732a・・・、731b、732b・・・からなっている。装置43には、マッチングボックス41AにRFアンプ44Aを介して接続された高周波信号発生器45が含まれている。高周波電力発生装置43、マッチングボックス41A及びアンテナ4は高周波電力供給手段を構成している。また、蒸着源3はこ

【0025】本例によると、高周波電力発生装置43は、図8の(A)に示す13.56MHzのサイン波連続高周波電力に同図(B)に示すように該周波数13.56MHzの10分の1以下の周波数で第1の振幅変調を施し、オン時間T1、オフ時間T2が順次繰り返される状態の高周波電力を発生するように設定されている。オン時におけるピークツーピーク電力は一定である。

【0026】このイオンプレーティング装置によると本発明方法は次のように実施される。すなわち、成膜対象基体S1がチャンバ1内の被成膜基体支持ホルダ2上に設置され、ヒータ21で所定温度に加熱される一方、該チャンバ1内が排気装置6の運転にて所定成膜真空度とされる。次いで、プラズマ原料ガス供給部7から所定量のプラズマ原料ガスが導入されるとともに、アンテナ4に高周波電力発生装置43から前記のとおり振幅変調が重畳された状態の高周波電力が印加され、それによって導入されたガスがプラズマ化される。このとき、プラズマ原料ガスのうち互いに混合することが望ましくないガスについてはガス供給部7a、7bから別々にチャンバ1内に導入したり、基体S1付近に導入すると反応が意図されているにも拘らず蒸着物質3aと反応せず単独で膜形成されるガスについては、ガス供給部7bからチャンバ1内のアンテナ4と蒸着源3との間に導入したりすることができる。一方、ホルダ2に支持された被成膜基体S1に蒸着源3を用いて、目的とする膜の構成原子を含む蒸着物質3aが真空蒸着される。蒸着粒子は前記発生したプラズマ中のラジカルやイオンと衝突して一部がイオン化され、イオン化した粒子、中性の蒸着粒子等が被成膜基体S1上に堆積して膜が形成される。

【0027】このイオンプレーティング装置によると、振幅変調した高周波電力の印加により原料ガスをプラズマ化することでプラズマ中の電子・イオンの温度が成膜に必要なラジカルが多く生成するように制御されて、プラズマの発生が容易になるとともに、プラズマ密度を高くすることができ、その結果、成膜速度を向上させることができる。また、このような振幅変調による高速電子のハイエネルギーテイルの作用で良質の膜が形成される。また、従来に比べて低い基体温度で成膜を行うことができる。

【0028】図2は本発明のイオンプレーティング装置の他の例の概略構成を示している。この装置は図1に示す前記装置における高周波電力発生装置43を高周波電力発生装置46に代えたものであり、他の構成は図1の装置と同様である。高周波電力発生装置46は、マッチングボックス41BにRFアンプ44Bを介して接続された高周波信号発生器47を含んでおり、図8の(A)に示す13.56MHzのサイン波連続高周波電力に同図(B)に示すように該周波数13.56MHzの10分の1以下の周波数で第1の振幅変調を施し、さらに、同図(C)に示すように該第1変調の周波数1/(T1+T2)より高く、該周波数の100倍未満の周波数で第2の振幅変調を施し、第1振幅変調によるオン時間T1についてオン時間T3、オフ時間T4が順次繰り返される状態の高周波電力を発生するように設定されている。

【0029】このイオンプレーティング装置によると、前記のとおり第1及び第2の振幅変調が重畳された状

態の高周波電力の印加により原料ガスがプラズマ化される結果、成膜速度が一層向上するとともに被成膜基体S 2上に形成される膜の膜質が一層向上する。図3は本発明のイオンプレーティング装置のさらに他の例の概略構成を示している。この装置は図1に示す前記装置における高周波電力発生装置4 3を高周波電力発生装置4 8に代えたものであり、他の構成は図1の装置と同様である。

【0030】高周波電力発生装置4 8は、マッチングボックス4 1 CにRFアンプ4 4 Cを介して接続された高周波信号発生器4 9を含んでおり、図8の(A)に示す13. 56MHzのサイン波連続高周波電力に同図

(B)に示すように該周波数13. 56MHzの10分の1以下の周波数で第1の振幅変調を施し、さらに、同図(D)に示すように該第1変調の周波数1/(T1+T2)より低く、1/100以上の周波数で第2の振幅変調を施し、オン時間について前記第1変調波のオン時間T1、オフ時間T2が順次繰り返される状態の高周波電力を発生するように設定されている。

【0031】このイオンプレーティング装置によると、図2の装置によると同様にして前記のとりの第1及び第2の振幅変調が重畳された状態の高周波電力の印加により原料ガスがプラズマ化される結果、成膜速度が一層向上するとともに被成膜基体S 3上に形成される膜の膜質が一層向上する。図4は本発明のイオンプレーティング装置のさらに他の例の概略構成を示している。この装置は、図1に示す前記装置において基体ホルダ2に直流電源2 2が接続されたものであり、他の構成は図1の装置と同じである。

【0032】このイオンプレーティング装置によると、

実験例1 図1の装置によるDLC膜の形成

成膜条件

基体S 1 : 100mm平方のポリイミド樹脂
基体ホルダ : 直径200mm
高周波電力 : 13. 56MHz、100W
振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%
蒸着物質 : 炭素(C)
プラズマ原料ガス : 水素(H₂)ガス、10sccm
成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr
膜厚 : 10080Å

実験例2 図2の装置によるDLC膜の形成

成膜条件

基体S 2 : 100mm平方のポリイミド樹脂
基体ホルダ : 直径200mm
高周波電力 : 13. 56MHz、100W
第1振幅変調周波数 : 1kHz、オンオフ比50%
第2振幅変調周波数 : 68kHz、オンオフ比50%
蒸着物質 : 炭素(C)
プラズマ原料ガス : 水素(H₂)ガス、10sccm
成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr

* 基体ホルダ2に直流バイアスが印加されつつ基体S 4上に膜形成されるため、プラズマ中の電子、イオン、イオン化した蒸着粒子等が加速されて基体S 4上に照射され、その結果膜質や膜密着性等が向上する。図5は本発明のイオンプレーティング装置のさらに他の例の概略構成を示している。この装置は、図1に示す前記装置において基体ホルダ2に交流電源2 3が接続されたものであり、他の構成は図1の装置と同じである。

【0033】このイオンプレーティング装置によると、基体ホルダ2に交流バイアスが印加されつつ基体S 5上に膜形成されるため、交流バイアスの条件を適宜設定することで膜質や膜密着性等を制御することができ、その結果これらを向上させることができる。図6は本発明のイオンプレーティング装置のさらに他の例の概略構成を示している。この装置は、図1に示す前記装置において基体ホルダ2にマッチングボックス2 4を介して高周波電源2 5が接続されたものであり、他の構成は図1の装置と同じである。

【0034】このイオンプレーティング装置によると、基体ホルダ2に変調を施した高周波バイアスが印加されつつ基体S 6上に膜形成されるため、変調条件を適宜設定することで前記交流バイアス印加のオンオフと同様の効果を容易に得ることができ、その結果膜質や膜密着性等を向上させることができる。次に図1、2、4の装置のそれぞれによりダイヤモンド状炭素(DLC: Diamond Like Carbon)膜を形成した実験例及び図9の装置によりダイヤモンド状炭素膜を形成した比較例1、並びに図1、2、5、6の装置のそれぞれにより窒化ホウ素膜を形成した実験例及び図9の装置により窒化ホウ素膜を形成した比較例2を示す。

膜厚 : 10920 Å

実験例3 図4の装置によるDLC膜の形成

成膜条件

基体S4 : 100mm平方のポリイミド樹脂
 基体ホルダ : 直径200mm
 高周波電力 : 13.56MHz、100W
 振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%
 蒸着物質 : 炭素 (C)
 プラズマ原料ガス : 水素 (H₂) ガス、10sccm
 成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr
 基体バイアス電圧 : -200V
 膜厚 : 10080 Å

比較例1 図9の装置によるDLC膜の形成

基体S7 : 100mm平方のポリイミド樹脂
 基体ホルダ : 直径200mm
 高周波電力 : 13.56MHz、100W
 蒸着物質 : 炭素 (C)
 プラズマ原料ガス : 水素 (H₂) ガス、10sccm
 成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr
 膜厚 : 10200 Å

実験例4 図1の装置による窒化ホウ素膜の形成

成膜条件

基体S1 : 直径100mm平方のシリコン
 基体ホルダ : 直径200mm
 高周波電力 : 13.56MHz、100W
 振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%
 蒸着物質 : ホウ素 (B)
 プラズマ原料ガス : 窒素 (N₂) ガス、10sccm
 成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr
 膜厚 : 5040 Å

実験例5 図2の装置による窒化ホウ素膜の形成

成膜条件

基体S2 : 直径100mm平方のシリコン
 基体ホルダ : 直径200mm
 高周波電力 : 13.56MHz、100W
 第1振幅変調周波数 : 1kHz、オンオフ比50%
 第2振幅変調周波数 : 68kHz、オンオフ比50%
 蒸着物質 : ホウ素 (B)
 プラズマ原料ガス : 窒素 (N₂) ガス、10sccm
 成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr
 膜厚 : 5040 Å

実験例6 図5の装置による窒化ホウ素膜の形成

成膜条件

基体S5 : 直径100mm平方のシリコン
 基体ホルダ : 直径200mm
 高周波電力 : 13.56MHz、100W
 振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%
 蒸着物質 : ホウ素 (B)
 プラズマ原料ガス : 窒素 (N₂) ガス、10sccm
 成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr

基体バイアス : 13.56MHz、100W

膜厚 : 5040Å

実験例7 図6の装置による窒化ホウ素膜の形成

成膜条件

基体S6 : 直径100mm平方のシリコン

基体ホルダ : 直径200mm

高周波電力 : 13.56MHz、100W

振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%

蒸着物質 : ホウ素 (B)

プラズマ原料ガス : 窒素 (N₂) ガス、10sccm

成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr

基体バイアス : 13.56MHz、100W

振幅変調周波数 1kHz、オンオフ比50%

膜厚 : 5040Å

比較例2 図9の装置による窒化ホウ素膜の形成

成膜条件

基体S7 : 直径100mm平方のシリコン

基体ホルダ : 直径200mm

高周波電力 : 13.56MHz、100W

蒸着物質 : ホウ素 (B)

プラズマ原料ガス : 窒素 (N₂) ガス、10sccm

成膜圧力 : 5×10^{-4} Torr

膜厚 : 5040Å

次に、実験例1～7及び比較例1、2の成膜における成膜速度と成膜温度、並びにこれらの例により得られた各

膜の硬度及び基体に対する密着性をまとめて表2に示す。なお、硬度はビッカース硬度を測定したものであり、膜密着性はスクラッチテスターにより測定したものである。

【0035】

す。なお、硬度はビッカース硬度を測定したものであ

【表2】

	成膜速度 (Å/sec)	成膜温度 (℃)	硬度 (Kg/mm ²)	密着性 (N)
実験例1	12	70	1000	30
実験例2	13	70	1100	35
実験例3	12	70	1000	40
比較例1	10	100	500	20
実験例4	6	200	1500	40
実験例5	7	200	1600	45
実験例6	6	200	1700	50
実験例7	7	200	1800	53
比較例2	4	300	1000	30

【0036】以上の結果、振幅変調を重畳した状態の高周波電力の印加にて原料ガスをプラズマ化することにより、成膜速度が向上したとともに成膜温度を低下させることができ、また硬度や膜密着性が向上したことが分かる。さらに第2の振幅変調を重畳することにより成膜速度が一層向上したとともに硬度、膜密着性が一層向上したことが分かる。また基体ホルダに直流バイアスを印加

しながら成膜を行うことにより膜密着性が向上し、基体ホルダに交流バイアスを印加しながら成膜を行うことにより硬度及び膜密着性が向上し、さらに基体ホルダに振幅変調を重畳した状態の高周波バイアスを印加しながら成膜を行うことにより硬度及び膜密着性が一層向上したことが分かる。

【0037】

【発明の効果】本発明によると、所定真空下で真空蒸着と高周波放電によるプラズマ生成を組み合わせることで基体上に膜形成するイオンプレーティング法及び装置であって、プラズマの発生が容易で、高密度のプラズマを生成させることができ、しかも、被成膜基体を比較的低温に保って成膜を行うことができるイオンプレーティング法及び装置を提供することができる。

【0038】また、本発明によると、従来のイオンプレーティング法及び装置に比べて硬度等の膜質や被成膜基体に対する密着性が優れた膜を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の1実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図2】本発明の他の実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図3】本発明のさらに他の実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図4】本発明のさらに他の実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図5】本発明のさらに他の実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図6】本発明のさらに他の実施例であるイオンプレーティング装置の概略構成を示す図である。

【図7】プラズマ中の高速電子のハイエネルギーテールを説明する図である。

【図8】図(A)は基本高周波電力波形の概略を示す図、図(B)は図(A)の高周波電力に振幅変調を重畳*

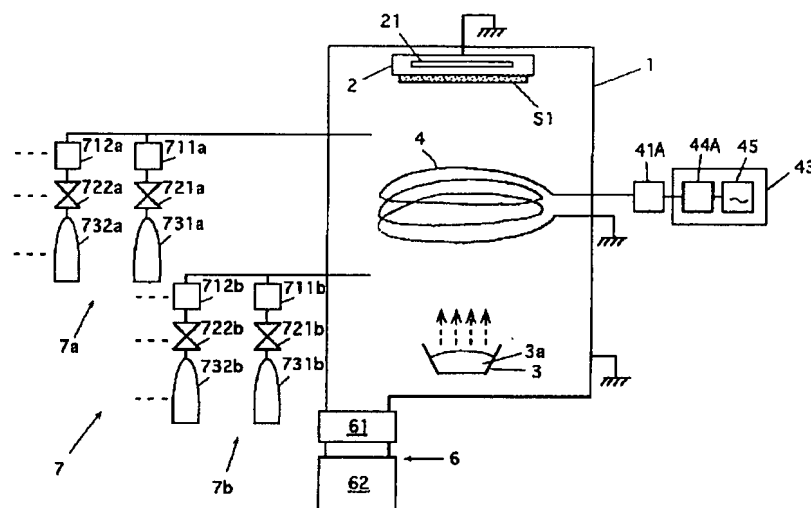
した状態の高周波電力波形の概略を示す図、図(C)は図(B)の高周波電力に第2の振幅変調を重畳した状態の高周波電力波形の1例の概略を示す図、図(D)は図(B)の高周波電力に第2の振幅変調を重畳した状態の高周波電力波形の他の例の概略を示す図である。

【図9】従来のイオンプレーティング装置例の概略構成を示す図である。

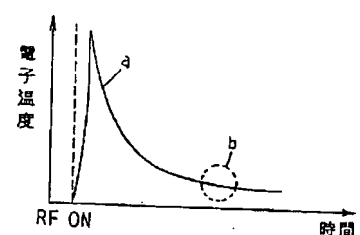
【符号の説明】

- 1 チャンバ
- 2 基体ホルダ
- 21 ヒータ
- 22 直流電源
- 23 交流電源
- 24 マッチングボックス
- 25 高周波電源
- 3 電子ビーム蒸発源
- 3a 蒸着物質
- 4 アンテナ
- 41、41A、41B、41C マッチングボックス
- 43、46、48 高周波電力発生装置
- 44A、44B、44C RFアンプ
- 45、47、49 高周波信号発生器
- 6 排気装置
- 61 弁部
- 62 排気ポンプ
- 7 プラズマ原料ガス供給部

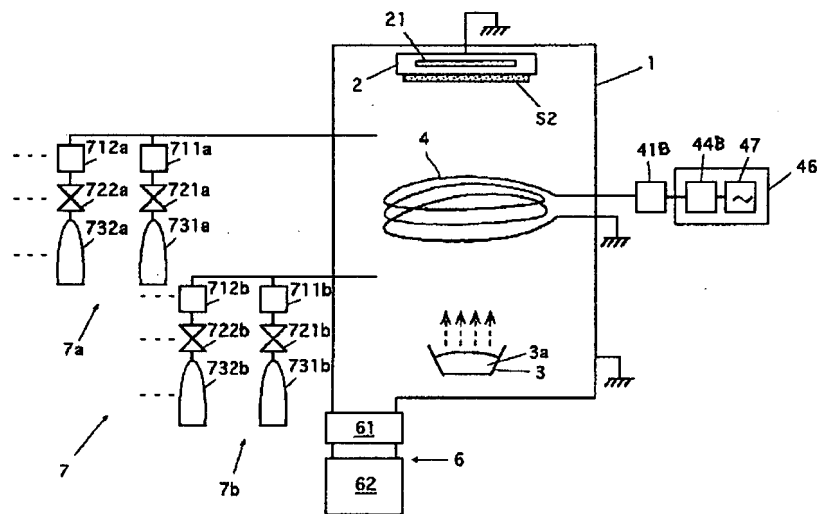
【図1】



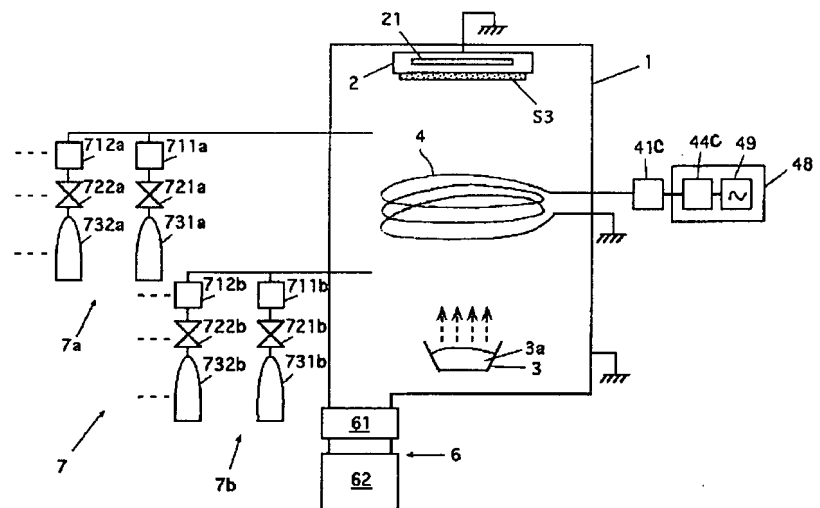
【図7】



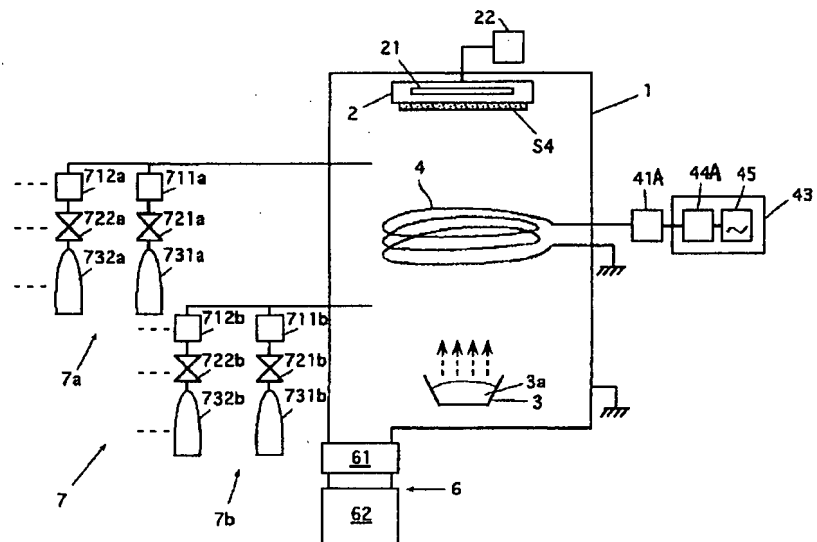
【図2】



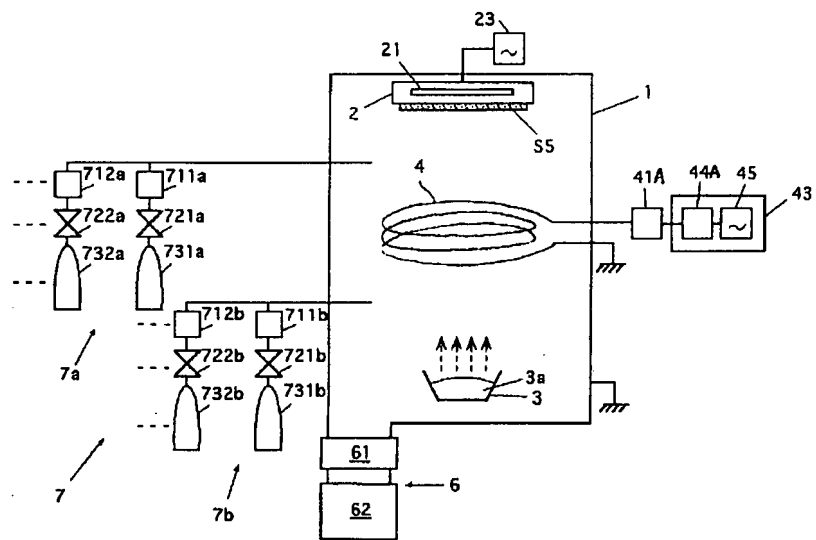
【図3】



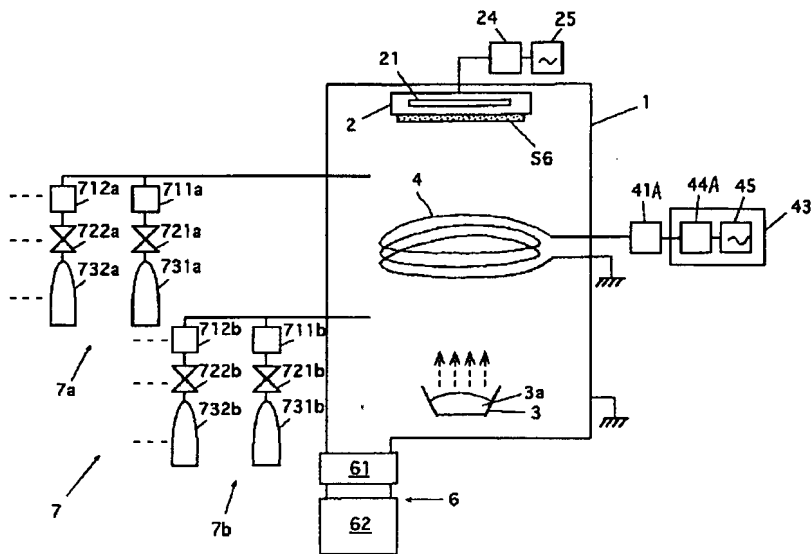
【図4】



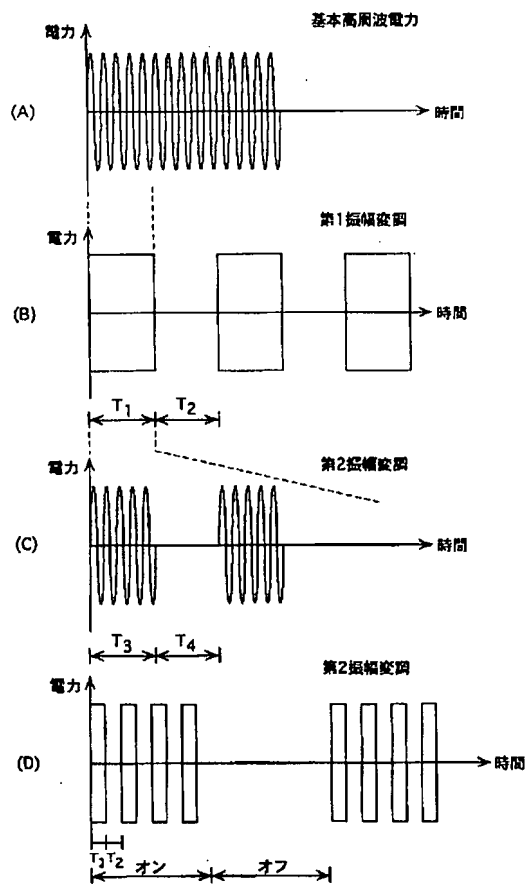
【図5】



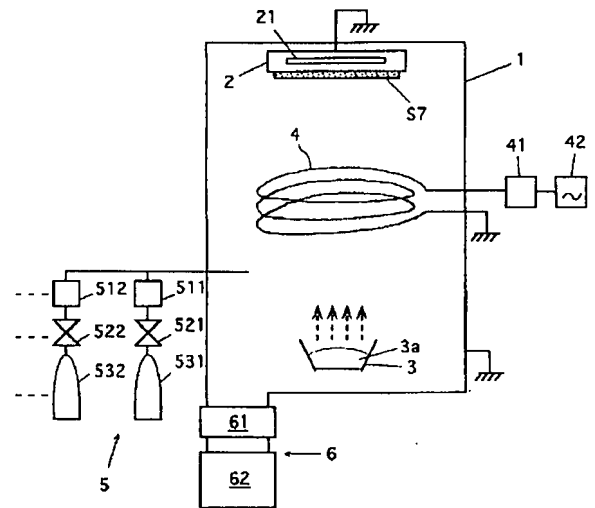
【図6】



【図8】



【図9】



OFFICE ACTION (translation)

Patent Application No.: 2004-229403
Date of Draft of an Office Action: September 11, 2007
Examiner: Kenji TERAMACHI 3727 3T00
Representative of Applicant: Takeshi HASHIMOTO (and another)
Provision Applied: Sections 29(2), 37

This application is deemed to be rejected on the following grounds. Response to this Office Action must be filed within 3 months of the mailing date of this Action.

GROUND

<Ground 1>

This application does not fulfill the requirements under Section 37 of the Patent Law, in view of the undermentioned points.

NOTES

- Claims 1 to 28 and 29 to 31
- Remarks

Regarding the inventions set forth in claims 1 to 28, the technical feature is applying a bias voltage to a part or a work piece and the building up the ionized material on the surface.

Whereas, regarding the inventions set forth in claims 29 to 31, the technical feature is a repaired metallic part having a substrate and a repair material, a bond strength between the substrate and the repair material being in excess of a predetermined value.

Accordingly, the inventions set forth in claims 1 to 28 and the inventions set forth in claims 29 to 31 do not have identical or corresponding special technical feature. Therefore, the present application does not fulfill the requirements under Section 37 of the Patent Law.

Since this application contravenes Section 37 of the Patent Law, the inventions defined in claims 29 to 31 other than claims 1 to 28 have not been examined regarding other requirements except ones stipulated by Section 37 of the Patent Law.

<Ground 2>

In this application, the inventions defined in the undermentioned claims could easily have been made, prior to the filing of the present application, by a person with ordinary skill in the art to which the inventions pertain, on the basis of an invention or inventions described in the undermentioned references which were distributed or made available to the public through electric telecommunication lines in Japan or elsewhere prior to the filing of the present application. Therefore, the inventions have been deemed unpatentable under Section 29(2) of the Patent Law.

NOTES (See List of Cited References)

- Claim 1
- References: 1 and 2
- Remarks

Ref. 1 discloses a method for restoring a part which has lost first material from a site comprising: vaporizing components (43) for forming a repair material (70); and condensing the vaporized components on the site so that buildup of the repair material at least partially replaces the first material, i.e. building up the components on the site by a physical vapor deposition.

Further, Ref. 2 discloses an ion plating method which is one embodiment of a physical vapor deposition comprising: placing a "substrate (S6)" in a "chamber (1)"; applying a "high frequency bias" (corresponding to "first electric potential" of the invention set forth in claim 1) to the substrate; evaporating "deposition substance (3a)" and ionizing the evaporated particles; and modulating the high frequency bias so as to draw the evaporated particles (see especially paragraphs [0033] to [0034] and Fig. 6).

Therefore, for the method disclosed in Ref. 1, the invention set forth in claim 1 could be achieved easily by a person with ordinary skills in the art by adopting the disclosure by Ref. 2 as a physical vapor deposition method.

- Claim 2
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, for the method disclosed in Ref. 1, the part is a superalloy article such as a gas turbine component and as the superalloy, a "Ti-based superalloy" is exemplified. Therefore, as the repair material, adopting a Ti-based superalloy could be achieved easily by a person with ordinary skills in the art.

- Claim 5
- References: 1 and 3
- Remarks

Ref. 1 discloses a method for restoring a part which has lost first material from a site comprising: vaporizing components (43) for forming a repair material (70); and condensing the vaporized components on the site so that buildup of the repair material at least partially replaces the first material, i.e. building up the components on the site by a physical vapor deposition.

Further, Ref. 3 discloses an ion plating method which is one embodiment of a physical vapor deposition comprising: placing a "part (201)" in a "vacuum chamber (2)"; applying a "bias voltage" (corresponding to "first electric potential" of the invention set forth in claim 5) to the part; evaporating an "evaporative material"; ionizing the evaporated material; and modulating the bias voltage so as to draw the material, i.e., superimposing a "positive rectangular wave pulse" on a "negative DC bias voltage" (see especially paragraph [0037] and Figs. 1 and 2).

Therefore, for the method disclosed in Ref. 1, the invention set forth in claim 5 could be achieved easily by a person with ordinary skills in the art by adopting the disclosure by Ref. 3 as a physical vapor deposition method.

- Claim 6
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, regarding an ion plating method disclosed in Ref. 2, an amplitude-modulated high frequency power is applied to a source gas to generate plasma for ionizing evaporated particles (see paragraphs [0026] to [0027]). Therefore, for the ion plating method, the ionizing is considered as being modulated.

- Claim 7
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, the method disclosed in Ref. 1 further comprises removing additional material (metallurgically impaired regions adjacent to the surface) at least partially from the site to create a base surface; and the physically depositing deposits said repair material atop the base surface at least partially in place of the first material and the additional material.

- Claim 8
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, for the method disclosed in Ref. 1, the deposited repair material in major part is considered to replace the first material.

- Claim 9
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, for the method disclosed in Ref. 1, the part is a superalloy article such as a gas turbine component and as the superalloy, a "Ti-based superalloy" is exemplified. Further, as a Ti-based superalloy, Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo, Ti-8Al-1V-1Mo, or Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo is commonly used without exemplifying documents in particular. Therefore, as the repair material, adopting the above-listed Ti-based superalloys could be achieved easily by a person with ordinary skills in the art.

- Claim 10
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, for the method disclosed in Ref. 1, it is so considered as that the removing of additional material is, in major part, from other portions than the "damage (31)".

- Claim 11
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, Ref. 1 exemplifies a blade as the application targeted part of the method. Here, a blade having a root and an airfoil is a well known matter in the technical field. Further, a blade having a midspan shroud is commonly used mainly for a fan blade without exemplifying documents in particular. Furthermore, the blade may possibly be damaged in the entire surface regions. Therefore, no inventive steps are considered in defining the site.

- Claim 12
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 11, damage may have various depths, so that no inventive steps are considered in defining the depth.

- Claim 15
- References: 1 and 2
- Remarks

In addition to the ground described in Remarks of Claim 1, the ion plating method disclosed in Ref. 2 is performed under vacuum conditions. Accordingly, preferably limiting or optimizing the pressure is considered as within the ordinary creativity by a person skilled in the art.

<Claims with no grounds for rejection found>

With respect to the invention set forth in claims 3, 4, 13, 14 and 16 to 28, the Examiner has found no grounds for rejecting the application at this stage. Where the Examiner finds grounds for rejecting the application, a further office action will be issued.

List of Cited References

1. Japanese Patent 1st (unexamined) Publn. No.2002-235557
2. Japanese Patent 1st (unexamined) Publn. No.8-209339
3. Japanese Patent 1st (unexamined) Publn. No.2003-188115

Record of Result of Prior Art Search

- Field of Search: IPC 8th edit.
F02C 7/00
F01D 5/28, 25/00
F04D 29/38
B23P 6/00, 15/02, 04
C23C 14/00-58

This record of the prior art search result does not constitute a part of the office action.

If you have any questions or request an interview regarding this action, please contact the following:

2nd Patent Examination Dept.
Tel: 03-3581-1101 ext. 3395

Motive Machinery Division

Kenji TERAMACHI